

Alkyl- und/oder Alkylenoligoglycosid-Betainesterquats

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, ein Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung als Emulgator, Haarconditioner und Wäscheweichspüler.

Stand der Technik

Kationische Tenside, wie beispielsweise Esterquats, gewinnen aufgrund ihrer ausgezeichneten ökotoxikologischen Eigenschaften sowohl für den Bereich der Wäscheweichspülmittel als auch für kosmetische Anwendungen zunehmend an Bedeutung. In kosmetischen Zubereitungen können sie dabei sowohl in Emulsionen und Lotionen zur Hautpflege wie auch in tensidischen Mitteln, wie beispielsweise Shampoos, Duschbädern, Spülungen, Conditionern und dergleichen, für die Haarpflege enthalten sein. Im Markt besteht nach wie vor der Bedarf neue kationische Tenside zur Verfügung zu stellen, die sich aus natürlichen Rohstoffquellen gewinnen lassen und eine hohe Hydrophilie aufweisen im Vergleich zu nur aus Alkylketten aufgebauten Verbindungen (z.B. Cetyltrimethylammoniumchlorid). Dabei sollte diese höhere Hydrophilie nicht durch Einführung von Alkoxidgruppen erzielt werden, um unter anderem eine geringere Umweltbelastung zu erzielen.

Die Aufgabe der Erfindung hat folglich darin bestanden, neue kationische Tenside sowie ein Verfahren zu ihrer Herstellung zur Verfügung zu stellen, die sich aus einer natürlichen Rohstoffquelle herstellen lassen, ethylenoxid- und/oder propylenoxidfrei sind und damit eine geringere Umweltbelastung darstellen.

Beschreibung der Erfindung

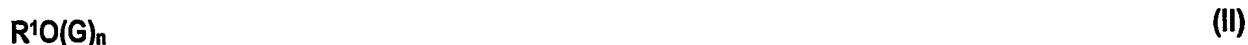
Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I)



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R^4 , R^5 und R^6 unabhängig

voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

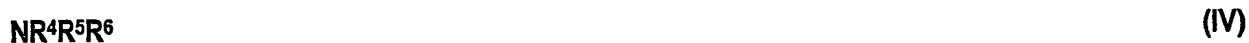
Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, bei dem man Alk(en)yloligoglycoside der Formel (II),



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, mit einer α -Halogencarbonsäure der Formel (III),



in der R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und X für Halogen steht, und anschließend mit tertiären Aminen der Formel (IV),



in der R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht, umgesetzt.

Überraschenderweise wurden gefunden, dass man Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats als neue kationische Zuckertenside durch Umsetzung von Alk(en)yloligoglycosiden mit α -Halogencarbonsäure und tertiären Aminen herstellen kann. Besonders vorteilhaft ist, dass sich diese neuen Tenside aus einer natürlichen Rohstoffquelle ableiten, ethylenoxid- und/oder propylenoxidfrei sind und damit eine geringere Umweltbelastung darstellen. Darüber hinaus sollten die neuen kationischen Tenside eine hohe Hydrophilie aufweisen. Darüber eignen sich diese Verbindungen als Conditioner für die Haare (Haarspülung) und für Textilien (Wäscheweichspüler).

Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats

Die vorliegende Erfindung betrifft Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats [Alk(en)yl = Alkyl- und/oder Alkenyl] der Formel (I)



in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R² für H oder eine CH₃-Gruppe, R³ für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R⁴, R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) eingesetzt, in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R² und R³ für H oder eine CH₃-Gruppe und vorzugsweise H, R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und vorzugsweise für eine CH₃- oder für eine Hydroxyethyl-Gruppe, R⁶ für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung werden Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) eingesetzt, in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R² und R³ für H, R⁴ und R⁵ für eine CH₃- oder für eine Hydroxyethyl-Gruppe, R⁶ für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

Die erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats werden in oberflächenaktiven Zubereitungen, vorzugsweise in Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel sowie kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen in Mengen von 0,01 bis 60, vorzugsweise 0,05 bis 30 und insbesondere 2,5 bis 20 Gew.-% – bezogen auf den Aktivsubstanzzgehalt – eingesetzt.

Herstellung von Alk(en)ylglycerinethercarbonsäuren

Die erfindungsgemässen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats werden durch Umsetzung von Alk(en)yloligoglycosiden der Formel (II) mit α -Halogen-carbonsäuren der Formel (III) und tertiären Aminen der Formel (IV) erhalten. Die bevorzugten Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, die über diese Umsetzung erhalten werden können, wurden bereits im vorherigen Kapitel aufgeführt.

Alkyl- und Alkenyloligoglykoside stellen bekannte nichtionische Tenside dar, die der Formel (II) folgen,



(II)

in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht. Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie erhalten werden. Stellvertretend für das umfangreiche Schrifttum sei hier auf die Übersichtsarbeit von Biermann et al. in **Starch/Stärke** **45**, **281** (1993), B. Salka in **Cosm.Toil.** **108**, **89** (1993) sowie J.Kahre et al. in **SÖFW-Journal Heft 8**, **598** (1995) verwiesen.

Die Alk(en)yloligoglykoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alk(en)yloligoglykoside sind somit Alk(en)yloligoglucose. Die Indexzahl n in der allgemeinen Formel (II) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP), d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während n in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muss und hier vor allem die Werte n = 1 bis 6 annehmen kann, ist der Wert n für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alk(en)yloligoglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad n von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alk(en)yloligoglykoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt. Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R¹ kann sich vorzugsweise von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelenschen Oxosynthese erhalten werden. Bevorzugt sind Alkyloligoglucose der Kettenlänge C₈-C₁₀ (DP = 1 bis 3), die als Vorlauf bei der destillativen Auftrennung von technischem C₈-C₁₈-Kokosfettalkohol anfallen und mit einem Anteil von weniger als 6 Gew.-% C₁₂-Alkohol verunreinigt sein können sowie Alkyloligoglucose auf Basis technischer C_{9/11}-Oxoalkohole (DP = 1 bis 3). Der Alk(en)ylrest R¹ kann sich ferner vorzugsweise von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Besonders bevorzugt sind Alkyloligoglucose auf Basis von gehärtetem C_{12/14}-Kokosalkohol mit einem DP von 1 bis 3.

α -Halogen-carbonsäuren sind nach den einschlägigen Verfahren der organischen Chemie erhältlich und folgen der Formel (III),



(III)

in der R² für H oder eine CH₃-Gruppe, R³ für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und X für Halogen steht. In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung stehen R² und R³ für H oder eine CH₃-Gruppe und insbesondere für H. Insbesondere wird α -Halogenessigsäure, wie beispielsweise Monochloressigsäure eingesetzt.

Tertiären Amine, die im Sinne der Erfindung eingesetzt werden können, folgen der Formel (IV),



(IV)

in der R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht. In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung stehen R^4 und R^5 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und R^6 für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung stehen R^4 und R^5 unabhängig voneinander für eine CH_3 - oder eine Hydroxyethylgruppe und R^6 für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 und vorzugsweise für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen.

Dementsprechend kann sich das tertiäre Amin von kurzkettigen tertiären Aminen, vorzugsweise Dimethylethanolamin, Triethanolamin und Methyldiethanolamin oder langkettigen Aminen, vorzugsweise Dimethylkokosamin, Dimethylauryamin und Dimethyltalgamin ableiten.

Zur Herstellung der erfindungsgemässen Verbindungen wird das Alk(en)yloligoglycosid zuvor bis zu einem Wassergehalt von maximal 5, vorzugsweise maximal 4 Gew.-% – bezogen auf den Aktivsubstanzgehalt des Alk(en)yloligoglycosids – getrocknet und anschliessend zur Umsetzung in einem Reaktionsbehälter vorgelegt. Im Anschluss wird das Alk(en)yloligoglycosid mit der α -Halogenearbonsäure im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1 : 3 und vorzugsweise 1 : 1 bis 1 : 1,5 unter Zusatz von bis zu 50 % eines organischen Lösungsmittels bezogen auf den Gesamtansatz bei einer Temperaturen von 100 bis 130 und vorzugsweise 115 bis 120 °C unter Wasserabscheidung für 5 bis 13 h und vorzugsweise 7 bis 12 h verestert. Vorzugsweise werden als organisches Lösungsmittel Toluol, Benzol und Xylol und insbesondere Toluol eingesetzt. Im Anschluss daran wird das erhaltene Reaktionsprodukt mit einem tertiären Amin der Formel (IV) im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1 : 3 und vorzugsweise 1 : 1 bis 1 : 1,5 bei einer Temperatur von 70 bis 100 und vorzugsweise 80 bis 90 °C umgesetzt. Hierbei wird das tertiäre Amin zuvor mit soviel organischem Lösungsmittels versetzt, dass eine gut rührfähige Reaktionsmischung vorliegt. Die Reaktion war mit Erreichen der theoretischen Menge an freiwerdendem anorganischen Halogenid abgeschlossen. Üblicherweise betragen die Reaktionszeiten 30 Minuten bis 3 Stunden und vorzugsweise 50 Minuten bis 1,5 Stunden.

Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfindungsgemässen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats können durch Zusatz von Wasser auf beliebige Konzentrationen eingestellt werden, wobei der Wassergehalt vorzugsweise 20 bis 85, besonders bevorzugt 20 bis 75 und insbesondere 50 bis 70 Gew.-% betragen kann.

Die erfindungsgemässen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats können als Tenside in oberflächenaktiven Zubereitungen verwendet werden. Unter oberflächenaktiven Zubereitungen werden im Sinne der Erfindung vorzugsweise Wasch- und Spül- und Reinigungsmittel sowie kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen und insbesondere kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen verstanden. Insbesondere können die erfindungsgemässen Produkte in Haarconditionern und Wäscheweichspülmitteln eingesetzt werden. Diese oberflächenaktiven Zubereitungen können als weitere Hilfs- und Zusatzstoffe Perlglanzwaxse, Konsistenzgeber, Verdickungsmittel, Überfettungsmittel, Stabilisatoren, Siliconverbindungen, Fette, Wachse, Antioxidantien, Antischuppenmittel, Quellmittel, Tyroininhibitoren, Hydrotrope, Solubilisatoren, Konservierungsmittel, Parfümöle, Farbstoffe, weitere Tenside sowie weitere typische Inhaltsstoffe, wie sie beispielsweise in Wasch- Spül und Reinigungsmitteln vorkommen, enthalten. Als kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen kommen vorzugsweise Mund- und Zahnpflegemittel, Haarshampoos, Haarlotionen, Schaumbäder, Duschbäder, Cremes, Lotionen, Gele, Emulsionen, Wachs/Fett-Massen, Stiftpräparaten oder Salben in Frage. Diese oberflächenaktiven Zubereitungen können neben den erfindungsgemässen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats weitere aus dem Stand der Technik für die jeweilige Anwendung typischen Inhaltsstoffe in üblichen Konzentrationen enthalten.

Die erfindungsgemässen Mittel zeigen nicht nur conditionierende [Conditioner für Haare (Haarspülung) und Textilien (Wäscheweichspüler)] sondern darüber hinaus ebenfalls schäumende und reinigende Eigenschaften. Darüber hinaus können höherkettige Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats wie beispielsweise C_{16/18}-Oligoglycosid-Betainesterquats emulgierende Eigenschaften aufweisen und somit in kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen eingesetzt werden. Weitere Gegenstände der Erfindung sind somit auf die Verwendung der erfindungsgemässen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats als Conditioner für die Haare, als Weichspüler und als Emulgator gerichtet. Insbesondere können C_{16/18}-Alkyloligoglycosid-Betainesterquats als Emulgatoren in allen dem Fachmann bekannten Emulsions-Typen verwendet.

Typische kosmetische und/oder pharmazeutische Reinigungsmittel weisen vorzugsweise folgende Zusammensetzung auf – bezogen auf den Aktivsubstanzgehalt – :

- (a) 0,05 bis 20, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 18 Gew.-% Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats,

- (b) 0,05 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 7,5 Gew.-% Betaine und gegebenenfalls
 - (c) 0 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 7,5 Gew.-% Aniontenside
- mit der Massgabe, dass sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Typische flüssige Wasch- und Spülmittel, Reinigungsmittel weisen vorzugsweise folgende Zusammensetzung auf – bezogen auf den Aktivsubstanzegehalt – :

- (a) 2,5 bis 30, vorzugsweise 7 bis 25 und insbesondere 10 bis 20 Gew.-% Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats,
 - (b) 0,05 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 7,5 Gew.-% Betaine und gegebenenfalls
 - (c) 2,5 bis 30, vorzugsweise 7 bis 25 und insbesondere 10 bis 20 Gew.-% Aniontenside
- mit der Maßgabe, dass sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Typische kosmetische und/oder pharmazeutische Emulsionen, weisen vorzugsweise folgende Zusammensetzung auf – bezogen auf den Aktivsubstanzegehalt –:

- (a) 0,05 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 1 bis 5 Gew.-% Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats und vorzugsweise C_{16/18}-Alkyloligoglycosid-Betainesterquats,
 - (b) 3 bis 30, vorzugsweise 5 bis 20 und insbesondere 7 bis 15 Gew.-% Ölkörper und gegebenenfalls
 - (c) 0,5 bis 20 und vorzugsweise 2,5 bis 10 Gew.-% Konsistentgeber
- mit der Massgabe, dass sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Beispiele

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn hierauf zu beschränken.

Beispiel 1:

(a) Herstellung von C_{12/14}-Alkyloligoglycosid-Chloressigsäureester

In einem 1l-Dreihalskolben wurden 214,0 (0,5 mol) eines mit Citronensäure neutralisierten und gefriergetrockneten (wasserfreien, 1,7 Gew.-% Wasser) C_{12/14}- Alkyloligoglycosids (Basis Plantacare 1200 UP, Fa. Cognis) mit 61,4 g (0,65 mol) Chloressigsäure unter Zusatz von 250 ml Toluol bei 115-120 °C unter Wasserabscheidung versetzt. Die Reaktion war nach 11,25 h beendet. Man erhielt 513,4 g eines dunkelgelben, trüben und flüssigen Produktes. Der Umsatz an Alkyloligoglucosid betrug 70,6 %.

Säurezahl :	19,9
Verseifungszahl:	158,0
Freie Monoglucoside (GC)	8,1 %
Freie Diglucoside (GC)	4,6 %
Freie Triglucoside (GC)	0,8 %
Freie Tetraglucoside (GC)	0,3 %
Freie Pentaglucoside (GC)	0,1 %

(b) Herstellung des kationischen C_{12/14}-Alkyloligoglycosid-Betainesterquat

In einem 500-ml-Dreihalskolben wurden 29,0 (0,3 mol) des in (a) hergestellten C_{12/14}-Alkyloligoglycosid-Chloressigsäureesters mit 27,6 g (0,3 mol) N,N-Dimethylethanolamin in 220 g Toluol bei 80 °C umgesetzt. Die Reaktion war nach Erreichen der theoretischen Menge an freiwerdendem anorganischen Chlorid (2,82 %) nach 1,25 h abgeschlossen. Am Rotavapor wurde bei 60 bis 80 °C unter Vakuum (35 mbar) das Lösungsmittel Toluol abdestilliert. Das Produkt wurde mit Wasser auf eine Konzentration von 30 % Aktivsubstanz eingestellt. Es lag als dunkelbraunes, flüssiges Produkt vor.

(c) Herstellung eines kationischen C_{12/14}-Alkyloligoglucosid-Betainesterquat auf Basis N,N-Dimethyl-Octyl/decylamin

In einem 250 ml-Dreihalskolben wurden 41,5 g (96,7 mmol) des in a) hergestellten C_{12/14}-APG-Chloressigsäureesters mit 17,2 g (96,7 mmol) N,N-Dimethyl-Octyl/Decylamin in 36,7 g Toluol bei 80°C umgesetzt.

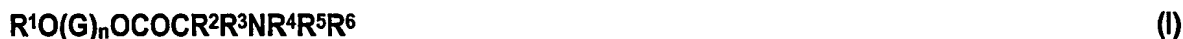
Die Reaktion war nach Erreichen der theoretischen Menge an freiwerdendem anorganischen Chlorid (4,05%) nach 1h10min abgeschlossen. Nach Zugabe von 250 g Wasser wurde das Toluol an einem Wasserabscheider für schwere Lösungsmittel abdestilliert. Der pH-Wert wurde anschließend auf 6,4 eingestellt. Es lag ein gelbes, homogenes, flüssiges Produkt vor.

Kationentensidgehalt: 17,4 %

Trockenrückstand: 24,0 %

Patentansprüche

1. Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I)



in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R² für H oder eine CH₃-Gruppe, R³ für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R⁴, R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

2. Mittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass man Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) einsetzt, in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R² und R³ für H oder eine CH₃-Gruppe, R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R⁶ für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.
3. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und/oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, man Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) einsetzt, in der R¹ für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R² und R³ für H, R⁴ und R⁵ für eine CH₃- oder für eine Hydroxyethyl- Gruppe, R⁶ für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.
4. Oberflächenaktive Zubereitungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats enthalten.
5. Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel sowie kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats in Mengen von 0,01 bis 60 Gew.-% – bezogen auf den Aktivsubstanzengehalt – enthalten.

6. Verfahren zur Herstellung von Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, bei dem man Alk(en)yloligoglycoside der Formel (II),



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, mit einer α -Halogencarbonsäure der Formel (III),



in der R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und X für Halogen steht, und anschließend mit einem tertiären Aminen der Formel (IV),



in der R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht, umgesetzt.

7. Verwendung des Mittels nach Anspruch 1 als Emulgator.
8. Verwendung des Mittels als Conditioner für die Haare.
9. Verwendung des Mittels als Wäscheweichspüler.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/00062

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 A61K7/06 C07H15/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A61K A61Q C07H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	WO 02 07684 A (DUBIEF CLAUDE ;OREAL (FR)) 31 January 2002 (2002-01-31) the whole document ---	1-9
X	DE 199 17 745 A (COGNIS DEUTSCHLAND GMBH) 30 March 2000 (2000-03-30) page 1, line 57 -page 2, line 46 -----	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the International filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13 March 2003

Date of mailing of the international search report

21/03/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Klein, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/00062

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
WO 0207684	A	31-01-2002	FR	2811895 A1	25-01-2002
			AU	7852901 A	05-02-2002
			WO	0207684 A1	31-01-2002
DE 19917745	A	30-03-2000	DE	19917745 A1	30-03-2000

INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/00062

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 A61K7/06 C07H15/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RESEARCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 A61K A61Q C07H

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, X	WO 02 07684 A (DUBIEF CLAUDE ;OREAL (FR)) 31. Januar 2002 (2002-01-31) das ganze Dokument	1-9
X	DE 199 17 745 A (COGNIS DEUTSCHLAND GMBH) 30. März 2000 (2000-03-30) Seite 1, Zeile 57 -Seite 2, Zeile 46	1-9

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

13. März 2003

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

21/03/2003

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Klein, D

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/00062

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 0207684	A	31-01-2002	FR	2811895 A1		25-01-2002
			AU	7852901 A		05-02-2002
			WO	0207684 A1		31-01-2002
DE 19917745	A	30-03-2000	DE	19917745 A1		30-03-2000